<u>Activité expérimentale</u> : ***Dosage par titrage avec suivi conductimétrique***

Le Destop® est un déboucheur de canalisation, solution concentrée en hydroxyde de sodium ($HO^-_{(aq)}$ + $Na^+_{(aq)}$). L'étiquette porte l'indication de son titre massique (masse d'hydroxyde de sodium contenue dans 100 g de produit) : « solution de soude à 20% » et de sa densité : « 1,2 ».

Comment vérifier la concentration en hydroxyde de sodium du Destop® à l'aide d'un titrage conductimétrique ?

Objectifs :

- Mettre en œuvre et exploiter le suivi conductimétrique d'un titrage afin de déterminer une quantité de matière, une concentration ou une masse
- Justifier qualitativement l'évolution de la pente de la courbe obtenue à l'aide de données sur les conductivités ioniques molaires
-

document 1 : Principe du titrage conductimétrique

Le titrage conductimétrique est une méthode qui consiste à suivre l'évolution de la conductivité σ d'une solution lorsqu'on y ajoute, petit à petit, une solution titrante. Il se produit une réaction entre les espèces titrée et titrante : des ions peuvent apparaître, disparaître, ce qui modifie la conductivité de la solution.

Avant l'équivalence, la conductivité varie de façon affine en fonction du volume versé, et après l'équivalence, la courbe reste une droite mais la pente est différente. Le changement de pente permet de déterminer le volume à l'équivalence V_E : le volume V_E est lu en abscisse du point d'intersection des deux segments de droite.

document 2 : Loi de Kohlrausch

Une solution ionique diluée contenant les ions X_i de concentration en quantité de matière $[X_i]$ et de conductivité molaire ionique λ_{Xi} a une conductivité σ :

conductivité (en $S.m^{-1}$) — *concentration en ion X_i (en $mol.m^{-3}$)*

$$\sigma = \Sigma \lambda_{Xi} \times [X_i]$$

conductivité molaire ionique de l'ion X_i (en $S.m^2.mol^{-1}$)

<u>Données</u> :

- **Masses molaires atomiques** :
M(H) = 1,0 $g.mol^{-1}$; M(O) = 16,0 $g.mol^{-1}$; M(Na) = 23,0 $g.mol^{-1}$
- **Couples acide-base** : $H_3O^+_{(aq)}/H_2O_{(l)}$; $H_2O_{(l)}/HO^-_{(aq}$
- **Conductivités molaires ioniques λ de quelques ions à 25 °C** :

Ions	Na^+	Cl^-	HO^-	H_3O^+
λ ($S.m^2.mol^{-1}$)	$5,0 \times 10^{-3}$	$7,6 \times 10^{-3}$	$19,8 \times 10^{-3}$	$35,0 \times 10^{-3}$

CORROSIF
DANGER : Contient de l'hydroxyde de sodium (Soude caustique) solution 10%
DESTOP Liquide dissout intégralement toutes matières organiques : cheveux, graisses, etc. Il n'attaque ni l'émail, ni les tuyauteries (même en plastique). Il est sans danger pour les fosses septiques dans des conditions normales d'utilisation. Ne pas utiliser sur l'aluminium. Il apporte une hygiène impeccable.

A. <u>Questions préparatoires</u>

Pour réaliser le titrage, la **solution commerciale S** de Destop® a été **diluée 500 fois**. On note **S'** la **solution diluée** obtenue.

1. Rédiger le **protocole** qui a été utilisé pour réaliser cette **dilution**, sachant qu'elle demande **deux dilutions successives**.

   <u>Verrerie disponible</u> : > pipettes jaugées : 20 mL ; 10 mL ; 5 mL
   > fioles jaugées : 100mL ; 200mL ; 250mL ; 500 mL

   <u>Remarque</u> : La solution S' a été préparée en amont. (ANA)

2. Qu'indique le **pictogramme** présent sur l'étiquette de la solution ? Quelles sont les **précautions** à prendre lors de sa manipulation ? (ANA)

On veut déterminer, en réalisant un titrage conductimétrique, la concentration en quantité de matière en ions hydroxyde C' de la solution S'. La solution titrante utilisée est une solution d'acide chlorhydrique ($H_3O^+_{(aq)}$ + $Cl^-_{(aq)}$).

3. Identifier le **réactif titrant** et le **réactif titré** puis écrire l'**équation** de la **réaction support du titrage**. (ANA)

4. Pourquoi peut-on **suivre** le **titrage** par **conductimétrie** ? (ANA)

5. Faire le **schéma** légendé du **montage** à utiliser pour réaliser ce **titrage** par **suivi conductimétrique**. (REA)

B. Mise en œuvre du titrage (REA)

- Préparation de la burette

> Rincer la burette avec la solution titrante de concentration en soluté C_A = 0,100 mol.L^{-1} puis la remplir avec cette même solution jusqu'au-dessus de la graduation zéro.

> Faire couler la solution titrante dans un bécher poubelle pour amener le ménisque à la graduation zéro.

- Préparation de la solution titrée

> Prélever un volume V_B = 100,0 mL de solution S' puis le verser dans un bécher de 250 mL.

> Rincer le récipient de mesure et récupérer l'eau de rinçage dans le bécher.

> Ajouter un barreau aimanté et placer le tout sur l'agitateur magnétique.

- Réalisation du titrage et du tracé de la courbe σ = f(V_A) : (REA)

→ Brancher la cellule sur la plateforme d'acquisition Sysam Campus et relier cette dernière à l'ordinateur.

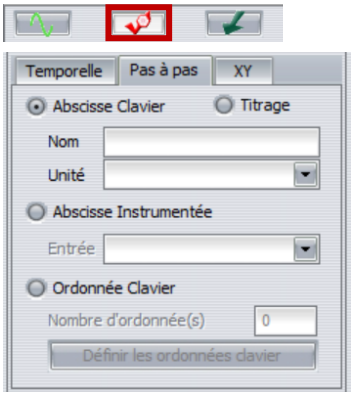
→ Ouvrir le logiciel *LatisPro* puis sélectionner le calibre ***25 mS/cm***.

→ Suivre la procédure qui s'affiche pour l'étalonnage en utilisant une solution tampon de conductivité ***1413 µS/cm***.

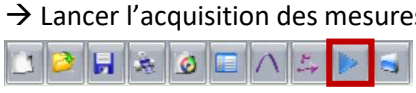
→ Fixer la cellule sur la potence et l'introduire dans le bécher.

→ Allumer l'agitateur.

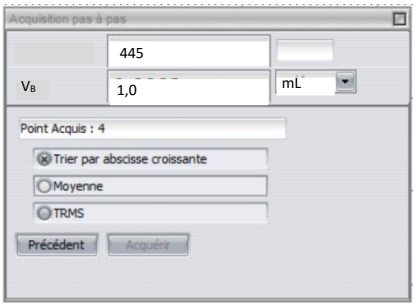
→ Dans l'onglet acquisition, choisir l'acquisition *« Pas à pas / Abscisse Clavier »*.
Rentrer les caractéristiques de l'abscisse (Nom : volume versé V_A / Unité : L).



→ Lancer l'acquisition des mesures.



→ Verser la solution titrante, mL par mL, jusqu'à un volume total de 25,0 mL.
A chaque ajout, le logiciel mesure la conductivité. Penser, pour chaque mesure, à rentrer le volume d'acide chlorhydrique versé V_A avant de cliquer sur acquérir.



→ Les mesures effectuées sont disponibles dans la liste des courbes. Visualiser la courbe σ = f(V_A) avec le style « traits avec croix » et l'imprimer.

C. <u>Exploitation des résultats</u>

1. Justifier que l'**étape** du protocole qui est **soulignée** ne **fausse pas** les **résultats** du titrage. (ANA)

2. **Déterminer graphiquement** le **volume V_{A-E}** versé à l'**équivalence**. V_{A-E} = _____ (REA)

3. En déduire la **quantité d'ions hydroxyde dosés**, n_{HO^-}, leur **concentration C'** dans la solution S', puis leur **concentration C** dans la solution S. (REA)

4. Estimer **u(C)**, l'**incertitude type** sur la **concentration C**, et proposer un **encadrement** de la **concentration** en quantité de matière en **ions hydroxyde** de la **solution S**. (*<u>voir annexe</u>*) (VAL)

5. À l'aide des indications portées par l'étiquette, **calculer** la **concentration théorique $C_{réf}$** en ions hydroxyde de la **solution S**. (ANA)

6. Conclure après avoir **calculé** le **rapport** : $|\mathbf{C - C_{réf}}| / \mathbf{u(C)}$ (VAL)

7. Préciser quelles sont les **espèces ioniques** présentes **avant** et **après** l'**équivalence du titrage**. (ANA)

8. En négligeant la variation du volume du mélange réactionnel lors de l'ajout de la solution titrante, **expliquer** l'**allure** de la courbe de titrage en utilisant la **loi de Kohlrausch** et les **conductivités molaires ioniques**. (ANA)

<u>Annexe</u> : ***Calcul de l'incertitude type sur la concentration C***

La concentration C de la solution commerciale a été obtenue par le calcul : $C = F \times C' = F \times C_A \times V_{A\text{-}E} / V_B$

L'incertitude type sur la concentration C de la solution commerciale est donc liée à :

- L'erreur sur la dilution initiale qui dépend de la tolérance des quatre instruments de verrerie utilisés : $F = V_{f\text{-}1}/V_{p\text{-}1} \times V_{f\text{-}2}/V_{p\text{-}2}$
- L'erreur sur la concentration de la solution titrante qui a été préparée au laboratoire. → A estimer
- L'erreur sur la détermination du volume équivalent qui a été obtenu graphiquement. → A estimer
- L'erreur sur le volume de solution titrée prélevé pour le titrage. Il dépend de la tolérance de l'instrument de mesure utilisé.

<u>On peut donc écrire</u> :

$$\frac{u(C)}{C} = \sqrt{\left(\frac{u(V_{p-1})}{V_{p-1}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{f-1})}{V_{f-1}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{p-2})}{V_{p-2}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{f-2})}{V_{f-2}}\right)^2 + \left(\frac{u(C_A)}{C_A}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{A-E})}{V_{A-E}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_B)}{V_B}\right)^2}$$

<u>On détaille le calcul</u> :

- Lors de la 1ère dilution, la solution mère a été prélevée à l'aide d'une pipette jaugée de …… mL de tolérance t = …… mL.
  - ➔ $u(V_{p\text{-}1}) = t/\sqrt{3}$ = …… mL avec un chiffre significatif et $V_{p\text{-}1}$ = …… mL
- Lors de la 1ère dilution, la solution fille a été préparée dans une fiole jaugée de …… mL de tolérance t = …… mL.
  - ➔ $u(V_{f\text{-}1}) = t/\sqrt{3}$ = …… mL avec un chiffre significatif et $V_{f\text{-}1}$ = …… mL
- Lors de la 2ème dilution, la solution mère a été prélevée à l'aide d'une pipette jaugée de …… mL de tolérance t = …… mL.
  - ➔ $u(V_{p\text{-}2}) = t/\sqrt{3}$ = …… mL avec un chiffre significatif et $V_{p\text{-}2}$ = …… mL
- Lors de la 2ème dilution, la solution fille a été préparée dans une fiole jaugée de …… mL de tolérance t = …… mL.
  - ➔ $u(V_{f\text{-}2}) = t/\sqrt{3}$ = …… mL avec un chiffre significatif et $V_{f\text{-}2}$ = …… mL
- La solution titrante a été préparée au laboratoire. On estime que $u(C_A)/C_A$ = …… %.
- Le volume équivalent $V_{A\text{-}E}$ = …… mL a été déterminé graphiquement. On estime que $u(V_{A\text{-}E})$ = …… mL.
- Le volume de solution titrée a été prélevé à l'aide …… de 100 mL de tolérance t = …… mL.
  - ➔ $u(V_B) = t/\sqrt{3}$ = …… mL avec un chiffre significatif et V_B = 100,00 mL

<u>On peut maintenant calculer u(C)/C</u> :

Donc u(C)/C = _____

⚠ Garder les chiffres significatifs pour le moment !

u(C) = C × …… = …… $mol.L^{-1}$ avec un chiffre significatif

On peut donc écrire : **C = (…… ± ……) $mol.L^{-1}$**

⚠ Être vigilant à la cohérence du résultat !